

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-080301
(43)Date of publication of application : 13.03.1992

(51)Int.CI. B22F 1/00
C22C 9/01

(21)Application number : 02-192088 (71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP
(22)Date of filing : 20.07.1990 (72)Inventor : HOSHINO KOJI
SHIMIZU TERUO
KONO TORU

(54) CU ALLOY POWDER AND MANUFACTURE THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture Cu alloy powder with fine Al₂O₃ enclosed in the powder by executing oxidizing treatment, if necessary, inner part oxidizing treatment and carrying out reducing treatment to Cu-Al alloy raw material powder specifying Al content.

CONSTITUTION: The oxidizing treatment is executed to the Cu-Al alloy powder containing 1.5 - 10% Al at 600 - 1000° C and preferably under powder fluidized condition. The formed oxide powder is made to have structure containing matrix composed of copper oxide as essential material and annular complex oxide phase annularly flocculated fine Cu-Al complex oxide at between powder center and powder peripheral part in the whole cross sectional face passing through the powder center part. The reducing treatment is executed to this oxide powder at 200 - 400° C. CaO forming the matrix in the oxide powder as the essential material is reduced to Cu and the above annular complex oxide phase is changed to annular hardened phase containing fine Al₂O₃ as the essential material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑯ 日本国特許庁 (JP) ⑰ 特許出願公開
⑰ 公開特許公報 (A) 平4-80301

⑮ Int.Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 ⑯ 公開 平成4年(1992)3月13日
B 22 F 1/00 L 8015-4K
C 22 C 9/01 G 8015-4K
G 8015-4K
審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)

⑭ 発明の名称 Cu合金粉末およびその製造法
⑮ 特 願 平2-192088
⑯ 出 願 平2(1990)7月20日
⑰ 発明者 星野 孝二 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内
⑰ 発明者 清水 雄夫 東京都千代田区大手町1丁目5番2号 三菱金属株式会社内
⑰ 発明者 河野 通 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱金属株式会社中央研究所内
⑰ 出願人 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目6番1号
⑰ 代理人 弁理士 富田 和夫 外1名

明細書

1. 発明の名称

Cu合金粉末およびその製造法

2. 特許請求の範囲

(1) Al : 1.5~9.2重量%、

銅素 : 1.8~8.2重量%、

を含有し、残りがCuと不可避不純物からなる組成、並びにCuまたはCu-Al合金からなる素地に、粉末中心部を通るあらゆる断面において、粉末中心部と粉末周辺部との間に、環状に凝聚した微細な酸化アルミニウムを主体とする環状硬質相が存在する組織、を有することを特徴とするCu合金粉末。

(2) Al : 1.5~10重量%、

を含有し、残りがCuと不可避不純物からなるCu-Al合金原料粉末に、

酸化性雰囲気中、600~1000℃の温度に加熱保

持、

の条件で酸化処理を施して、主体が酸化銅からなる素地に、粉末中心部を通るあらゆる断面において、粉末中心部と粉末周辺部との間に、微細なCu-Al複合酸化物が環状に凝聚してなる環状複合酸化物相が存在する組織をもった酸化物粉末を形成し、

ついで、上記酸化物粉末に、

還元性雰囲気中、200~400℃の温度に加熱保持、

の条件で還元処理を施して、上記酸化物粉末の素地をCuまたはCu-Al合金とともに、上記環状複合酸化物相を微細な酸化アルミニウムで構成された環状硬質相とすることを特徴とするCu合金粉末の製造法。

(3) 上記酸化処理が、上記Cu-Al合金原料粉末を流動化させながら行なわれることを特徴とする上記特許請求の範囲第(2)項記載のCu合金粉末の製造法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

この発明は、特に、すぐれた耐摩耗性を有する焼結体の製造に用いるのに適したCu合金粉末およびその製造法に関するものである。

〔従来の技術〕

従来、例えば特開昭63-241126号公報および特開昭59-150043号公報に記載される通り、

重量%で(以下%は重量%を示す)、

Al: 0.1~1%、

を含有し、残りが実質的にCuからなる組成を有するCu-Al合金原料粉末に、

大気中、800~500°Cの温度に加熱保持、の条件で表面酸化処理を施した後、

不活性ガス雰囲気中、800~900°Cの温度に加熱保持、の条件で内部酸化処理を施し、

引続いて余剰の酸素を除去する目的で、

還元性雰囲気中、400~800°Cの温度に加熱保持、

た従来Cu合金粉末において、素地に均一に分散する Al_2O_3 の含有割合を多くして耐摩耗性の向上をはかる試みもなされたが、粉末表面に露出する Al_2O_3 粒の割合が増すと、 Al_2O_3 粒が粗大化し易くなることと合まって、焼結性が著しく低下し、この結果焼結体の強度低下を招き、強度の面で実用に供することができないものである。

〔課題を解決するための手段〕

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、各種駆動装置の構造部材として用いた場合に、すぐれた耐摩耗性を発揮する焼結体を製造すべく、上記従来Cu合金粉末に着目し研究を行なった結果、

まず、上記の従来内部酸化によるCu合金粉末の製造に用いられているCu-Al合金原料粉末における0.1~1%のAl含有量に比して相対的に多い割合の1.5~10%のAlを含有したCu-Al合金粉末を用い、

このCu-Al合金原料粉末に、上記の従来内

の条件で還元処理を施して、上記内部酸化によって生成した微細な酸化アルミニウム(以下 Al_2O_3 で示す)がCuまたはCu-Al合金の素地に均一に分散した組織を有するCu合金粉末を製造する方法が知られている。

また、この方法で製造されたCu合金粉末が、含油軸受やガイドブッシュ、さらにバルブシートなどの各種駆動装置の構造部材を通常の粉末冶金法により製造するに際して、原料粉末として用いられていることも良く知られるところである。

〔発明が解決しようとする課題〕

一方、近年の各種駆動装置の高性能化および高速化はめざましく、これに伴ない、この構造部材の使用環境も一段と苛酷さを増し、このため構造部材には一層の耐摩耗性が要求されているが、上記の従来内部酸化による方法で製造されたCu合金粉末を用いて製造された焼結体製構造部材では耐摩耗性が十分でなく、これらの要求に満足して対応することができないのが現状である。

なお、この場合上記内部酸化法により製造され

た従来Cu合金粉末において、素地に均一に分散する Al_2O_3 の含有割合を多くして耐摩耗性の向上をはかる試みもなされたが、粉末表面に露出する Al_2O_3 粒の割合が増すと、 Al_2O_3 粒が粗大化し易くなることと合まって、焼結性が著しく低下し、この結果焼結体の強度低下を招き、強度の面で実用に供することができないものである。

形成された酸化物粉末は、主体が酸化銅(以下CuOで示す)からなる素地に、粉末中心部を通るあらゆる断面において、粉末中心部と粉末周辺部との間に、微細なCu-Al複合酸化物(以下、 $\text{Cu}(\text{Al}_2\text{O}_3)_2$ で示す)が環状に凝聚してなる環状複合酸化物相、いいかえれば粉末内部に層をなしてシェル状に凝聚分布する微細な $\text{Cu}(\text{Al}_2\text{O}_3)_2$ で構成された環状複合酸化物相が存在する組織をもつようになり、

さらに、この酸化物粉末に、同じく上記の従来方法における400~800°Cの還元温度に比して相対的に低い200~400°Cの温度で還元処理を施すと、

上記酸化物粉末の素地を形成していた主体のCuOがCuに還元され、かつ上記環状複合酸化物相が微細な Al_2O_3 を主体とする環状硬質相に変化するようになり、

この結果得られた Cu 合金粉末は、相対的に Al_2O_3 の含有割合が高いので、耐摩耗性が飛躍的に向上するようになり、さらに上記の通り Al_2O_3 粒が粉末表面に存在せず、内部に層をなしてシェル状に分布するので、焼結性が損なわれる事なく、 Al_2O_3 の含有割合が高いにもかかわらず、高強度の焼結体を製造することができるようになるという研究結果を得たのである。

この発明は、上記研究結果にもとづいてなされたものであって、

Al : 1.5~10重量%、
を含有し、残りが Cu と不可避不純物からなる Cu - Al 合金原料粉末に、

酸化性雰囲気中、600~1000°Cの温度に、望ましくは流動化状態で加熱保持、
の条件で酸化処理を施して、主体が CuO からなる素地に、粉末中心部を通るあらゆる断面において、粉末中心部と粉末周辺部との間に、微細な $\text{Cu}(\text{AlO}_2)_2$ が環状に凝集してなる環状複合酸化物相が存在する組織をもった酸化物粉末を形

製造法において、成分組成および製造条件を上記の通りに限定した理由を説明する。

(a) Cu 合金粉末の成分組成

Al は酸素と結合して粉末内部で層をなしてシェル状に凝集分布する微細な Al_2O_3 を形成し、粉末の焼結性を損なうことなく、かつこれを原料粉末として用いて製造された焼結体の耐摩耗性を著しく向上させる作用があり、この場合 Al 含有量がきまれば必然的に酸化処理で酸素含有量もきまるものであり、したがって Al 含有量が 1.5%未満になると酸素含有量も 1.3%未満となり、 Al_2O_3 の形成割合が不十分で所望のすぐれた耐摩耗性を確保することができず、一方 Al 含有量が 9.2%を越えると、酸素含有量も 8.2%を越えて多くなり、この結果多量の Al_2O_3 が形成されることになるので、 Al_2O_3 粒の粗大化が避けられず、相手攻撃性が現われるようにすることから、Al 含有量を 1.5~9.2%、酸素含有量を 1.3~8.2%と定めた。

成し、

引続いて、上記酸化物粉末に、
還元性雰囲気中、200~400°Cの温度に加熱保持、
の条件で還元処理を施して、上記酸化物粉末の素地を Cu または Cu - Al 合金とすると共に、上記環状複合酸化物相を微細な Al_2O_3 を主体とする環状硬質相とする、主要工程によって Cu 合金粉末を製造する方法、

並びに、この方法で製造された、

Al : 1.5~9.2%、
酸素 : 1.3~8.2%、
を含有し、残りが Cu と不可避不純物からなる組成、並びに Cu または Cu - Al 合金からなる素地に、粉末中心部を通るあらゆる断面において、粉末中心部と粉末周辺部との間に、環状に凝集した微細な Al_2O_3 を主体とする環状硬質相が存在する組織を有する Cu 合金粉末に特徴を有するものである。

つぎに、この発明の Cu 合金粉末およびこれの

(b) Cu 合金原料粉末の Al 含有量

Al 含有量が 1.5%未満では、酸化処理で形成される $\text{Cu}(\text{AlO}_2)_2$ の粉末内部での環状凝集が十分に行なわれず、この結果還元処理後の粉末表面に比較的多量の Al_2O_3 が存在するようになって焼結性が低下し、焼結体の強度低下の原因となり、一方 Al 含有量が 10%を越えると、酸化処理で形成される $\text{Cu}(\text{AlO}_2)_2$ 並びに還元処理で形成される Al_2O_3 の粗径が粗大化し、これを焼結体とした場合相手攻撃性が増すようになることから、Al 含有量を 1.5~10%と定めた。

(c) 酸化処理温度

その温度が 600°C未満では、 $\text{Cu}(\text{AlO}_2)_2$ の環状凝集が不十分であり、一方その温度が 1000°Cを越えると、粉末を流動化しても粉末同志に融着が起り易くなることから、その温度を 600~1000°Cと定めた。

(d) 還元温度

その温度が 200°C未満では、酸化物粉末の還元に長時間を要し、実用的でなく、一方その温

度が 400°C を越えると、還元処理で形成される Al_2O_3 が粗大化するようになり、この結果焼結体の相手攻撃性が増すようになることから、その温度を 200~400°C と定めた。

【実施例】

つぎに、この発明の Cu 合金粉末およびその製造法を実施例により具体的に説明する。

それぞれ第1表に示される平均粒径および Al 含有量の Cu - Al 合金原料粉末を用意し、これら Cu - Al 合金原料粉末に、同じく第1表に示される条件で、酸化処理、必要に応じて内部酸化処理、および還元処理を施すことにより本発明法 1~8 および従来法 1~3 を実施し、それぞれ本発明 Cu 合金粉末 1~8 および従来 Cu 合金粉末 1~3 を製造した。

ついで、この結果得られた各種 Cu 合金粉末について、成分組成を測定すると共に、その断面組織を金属顕微鏡（倍率：1000倍）を用いて観察し、さらに本発明 Cu 合金粉末 1~8 については、30 個の粉末のそれぞれの断面の中心部を通る任意直

線上における粒径、並びに環状硬質相の外径および内径を測定し、これらの平均値を算出した。これらの結果を第2表に示した。

さらにこれらの各種の Cu 合金粉末を原料粉末として用い、これより 3 ton/cm² の圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を、水素中、 800°C の温度で 30 分間保持の条件で焼結して、断面：10 mm × 10 mm、長さ：55 mm の寸法をもった焼結体を製造し、この焼結体について、強度を評価する目的で引張強さを測定すると共に、摩耗試験を行なった。

なお、摩耗試験は、回転軸を水平とした外径：40 mm × 内径：30 mm × 長さ：15 mm の鉄鉢（FC 25）製熱処理リング（硬さ：H_R C 50）の上方から、上記焼結体から 8 mm × 8 mm × 35 mm の寸法に切出した試験片を水平に当接させ、この状態で上記試験片に 5 kg の荷重を垂直にかけ、前記リングを 1.2 m / 秒の周速で回転させ、10 分後の試験片の最大摩耗深さを測定することにより行なった。これらの結果も第2表に示した。

種別	Cu - Al 合金原料粉末		酸化処理条件			内部酸化処理条件			還元処理条件		
	平均粒径 (μm)	Al 含有量 (重量 %)	雰囲気	温度 (°C)	保持時間 (時間)	雰囲気	温度 (°C)	保持時間 (時間)	雰囲気	温度 (°C)	保持時間 (時間)
本発明法	1	14	1.54	大気中	600	2			H ₂	300	3
	2	21	9.03		700					200	
	3	5	4.12		800		-	-		300	
	4	18	5.01		700					400	
	5	18	6.19		900					500	
	6	25	7.20		800					400	
	7	16	8.43		1000					600	
	8	22	9.88		900					700	
従来法	1	21	0.18		400						
	2	25	0.56		500						
	3	17	0.97								

第一表

種 別	成分組成(重量%)			観察組織	断面組織			焼結体		
	A ₂	酸素	Cu + 不純物		粉末の平均粒径(μm)	環状硬質相平均外径(μm)	平均内径(μm)	引張強さ(kg/mm ²)	最大摩耗深さ(μm)	
本発明Cu 合金粉末	1	1.54	1.35	残	微細A ₂ O ₃ による環状硬質相あり	18	7	5	13	22
	2	2.97	2.68	残	"	20	13	11	12	16
	3	3.94	3.63	残	"	7	5	4	13	17
	4	4.78	4.86	残	"	18	12	9	14	18
	5	5.88	5.81	残	"	10	6	4	13	15
	6	6.71	6.01	残	"	28	14	5	14	15
	7	7.90	6.94	残	"	15	9	4	13	10
	8	9.07	8.16	残	"	23	12	8	12	12
従来 Cu 合金粉末	1	0.14	0.14	残	A ₂ O ₃ が微細均一分散	-	-	-	12	40
	2	0.55	0.55	残	"	-	-	-	12	38
	3	0.94	0.88	残	"	-	-	-	11	35

第 2 表

〔発明の効果〕

第1、2表に示される通り、本発明法1～8によれば、粉末内部に微細なA₂O₃が断面組織でみて環状に凝集してなる環状硬質相が存在したCu合金粉末(本発明Cu合金粉末1～8)を製造することができ、この本発明Cu合金粉末1～8は、上記の通りA₂含有量が高いにもかかわらず、A₂O₃が粉末内部に封じ込められた状態になっているので、これを原料粉末として用いて焼結体を製造した場合、良好な焼結性が確保されることから、高強度の焼結体を製造することができるばかりでなく、相対的に高含有量のA₂O₃によって、これより製造された焼結体は、相手材である熱処理リングの損耗がきわめて少ない状態、すなわち相手攻撃性が抑制された状態で、すぐれた耐摩耗性を示すのに対して、従来法1～3で製造されたCu合金粉末(従来Cu合金粉末1～3)は、A₂O₃が粉末全体に均一に分散分布した組織をもつて、A₂含有量が相対的に低いことと合まって、焼結性の低下はあま

りなく、したがってほぼ同等の強度を有する焼結体を製造することができるものの、摩耗試験ではかなり劣った結果しか示さないことが明らかである。

上述のように、この発明の方法によれば、相対的に多量の微細なA₂O₃が粉末内部に層をしてシェル状に封じ込められたCu合金粉末を製造することができ、したがってこの結果製造されたCu合金粉末は焼結性がきわめて良好で、これを用いて製造された焼結体は高強度をもち、かつすぐれた耐摩耗性を示すようになるので、これを用いて上記のほかに、ブロッククリングやロッカーアーム用チップ、ブレーキ用パット、さらにクラッチ板などの各種駆動装置の構造部材を製造した場合、すぐれた性能を発揮するようになるなど工業上有用な効果がもたらされるのである。

出願人：三菱金属株式会社

代理人：富田和夫 外1名